

Determinação de benzeno e seus derivados em água usando o amostrador Headspace Agilent 8697 e o GC 8890

Autor

Youjuan Zhang
Agilent Technologies, Inc.

Resumo

Esta nota de aplicação descreve um método para a análise de benzeno e seus derivados usando o método HJ 1067-2019, um padrão industrial chinês para a proteção ambiental. O amostrador headspace Agilent 8697, acoplado a um GC Agilent 8890 com detecção de ionização de chama (FID), permite uma análise confiável e econômica de benzeno e seus análogos em água.

Introdução

O HJ 1067-2019 é um método que descreve a determinação de benzeno e seus análogos em água por GC com headspace e FID. A extração, análise, identificação e quantificação de amostras são detalhadas neste método.

Esta nota de aplicação demonstra que o amostrador headspace Agilent 8697, acoplado ao GC Agilent 8890, fornece análises precisas e confiáveis de benzeno e certos derivados em água. Este sistema pode facilmente atingir a especificação de desempenho para os compostos detalhados no método HJ 1067-2019. As curvas de calibração determinadas para aqueles compostos-alvo encontravam-se dentro dos requerimentos do método e os coeficientes de correlação estavam consideravelmente acima de 0,999.

O desvio padrão relativo (RSD) foi determinado para cada composto. A % da área de RSD foi de 1,3% a 2,4% e a % do tempo de retenção de RSD foi inferior a 0,045%. Para todos os compostos, os MDLs foram $\leq 0,2 \mu\text{g/L}$. As recuperações satisfatórias foram alcançadas em torno de 99,1% a 101,7%.

Ensaio

Produtos químicos e reagentes

Todos os reagentes e solventes eram de grau para HPLC ou analítico. Todos os padrões únicos de compostos de benzeno foram adquiridos da ANPEL Laboratory Technologies (Shanghai) Inc.

Soluções e padrões

Preparou-se as soluções estoque da mistura padrão adicionando quantidades definidas de cada composto do padrão único. A solução estoque de oito compostos na concentração de $1000 \mu\text{g/mL}$ foi preparada em solução de metanol. As soluções estoque intermediárias nas concentrações de 10 e $100 \mu\text{g/mL}$ foram preparadas em metanol.

Seis vials do headspace foram preparados para cada nível de calibração, preenchendo cada vial com 3 g de cloreto de sódio e 10 mL de água ultrapura e adicionando quantidades variáveis de solução estoque e solução estoque intermediária para atingir os níveis necessários. Os padrões de calibração foram preparados em concentrações padrão de 10, 20, 50, 200, 500 e $2000 \mu\text{g/L}$. Antes das amostras serem colocadas na bandeja do headspace, os vials foram agitados até o cloreto de sódio estar completamente dissolvido.

Condições do instrumento

A separação foi realizada usando o amostrador headspace Agilent 8697 acoplado a um Agilent 8890 GC/FID. O software Agilent OpenLab CDS 2.5 foi usado para aquisição e análise de dados. As condições do instrumento são mostradas na Tabela 1.

Tabela 1. Condições do instrumento.

Parâmetro	Valor
Amostrador headspace Agilent 8697	
Tamanho do loop	1 mL
Gás de pressurização	Nitrogênio
Temperatura do forno	80 °C
Temperatura do loop	80 °C
Temperatura da linha de transferência	100 °C
Tempo de equilíbrio do vial	40 minutos
Duração da injeção	0,5 minutos
Tamanho do vial	20 mL
Pressão de enchimento	15 psi
Modo de enchimento do loop	Padrão
Agitação do vial	Nível 8
GC Agilent 8890	
Injetor	Split/splitless 200 °C, razão de split de 10:1 Liner: Reto, desativado, 2 mm de diâmetro interno (p/n 5181-8818)
Coluna	Agilent J&W HP-INNOWax, 30 m x 0,32 mm, 0,5 μm (p/n 19091N-2131)
Arraste	Nitrogênio, 2 mL/min, fluxo constante
Forno	40 °C (5 min), 5 °C/min até 80 °C (5 min), em seguida 30 °C/min até 200 °C (5 min)
FID	250 °C, hidrogênio: 30 mL/min, ar: 300 mL/min

Resultados e discussão

A Figura 1 mostra um cromatograma típico adquirido pelo sistema HS/GC/FID com os oito compostos de benzeno a uma concentração de 200 µg/L. O sistema mostra alta resolução e formato do pico para todos os compostos. Conforme mostrado na Figura 1, o etilbenzeno, o *p*-xileno e o *m*-xileno foram separados na linha de base em uma coluna HP-INNOWax.

As curvas de calibração para os compostos de benzeno demonstraram excelentes resultados. A linearidade pelo intervalo estudado resultou em valores de coeficiente de calibração (R^2) de 0,9998 ou superiores para todos os compostos. A Figura 2 mostra as informações da curva de calibração do benzeno e etilbenzeno obtidas neste sistema. A Tabela 2 lista o valor R^2 para cada um dos compostos. A repetibilidade ($n = 8$) foi testada nas concentrações de 20 e 200 µg/L. A % da área de RSD foi de 1,3% a 2,4% e a % do tempo de retenção de RSD foi inferior a 0,045%, conforme mostrado na Tabela 3.

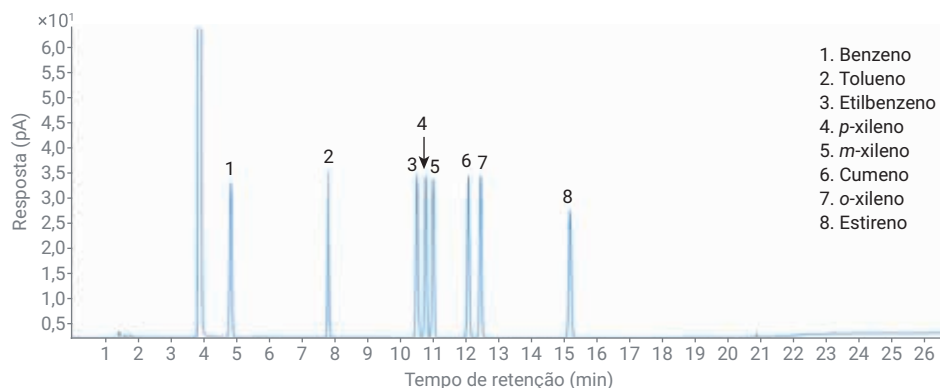


Figura 1. Cromatograma dos oito compostos-alvo a uma concentração de 200 µg/L.

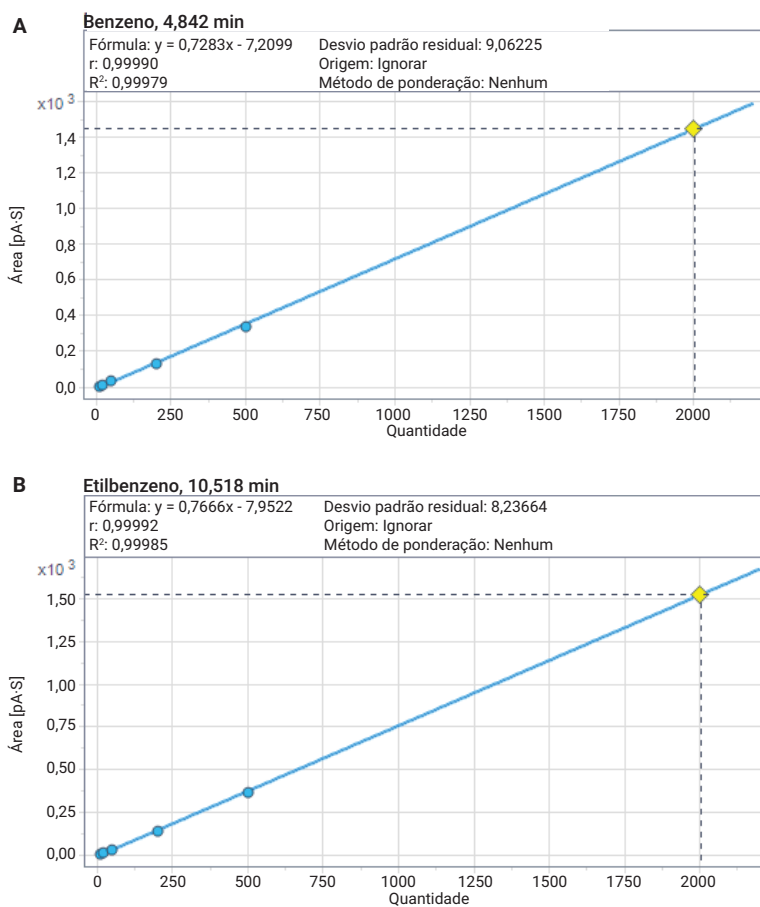


Figura 2. (A) Calibração de benzeno de 10 a 2000 µg/L. (B) Calibração de etilbenzeno de 10 a 2000 µg/L.

A razão sinal-ruído (S/N) foi usada para calcular o limite de detecção do método (MDL). Foi usada uma concentração de 2 µg/L de solução padrão para testar o limite de detecção do MDL e os valores para todos os compostos estão listados na Tabela 3. Para todos os compostos, os MDLs foram ≤0,2 µg/L, o que atende às especificações do método HJ 1067-2019.

As recuperações do método foram medidas através da análise de amostras de água com e sem adição. Os padrões contendo benzeno e seus derivados foram adicionados à água não destilada a uma concentração de 200 µg/L. Seis amostras paralelas com adição foram analisadas pelo mesmo método. A recuperação foi calculada pela Equação 1.

Concentração de amostra com adição:

a concentração calculada de amostras com adição com base na curva de calibração.

Concentração de amostra sem adição:

a concentração calculada de amostras sem adição com base na curva de calibração.

Concentração adicionada: a concentração de compostos de benzeno em amostras com adição, 200 µg/L.

Os dados de recuperação estão listados na Tabela 3, ilustrando que os resultados de recuperação de 200 µg/L variaram de 99,1 a 101,7%.

Tabela 2. Valores de R² para benzeno e seus derivados no padrão de calibração no intervalo de 10 a 2000 µg/L deste estudo.

Nº.	Nome	RT	Fórmula	R ²
1	Benzeno	4,839	y = 0,7283x - 7,2099	0,9998
2	Tolueno	7,807	y = 0,7677x - 8,5950	0,9998
3	Etilbenzeno	10,519	y = 0,7666x - 7,9522	0,9999
4	p-Xileno	10,771	y = 0,7541x - 7,7485	0,9999
5	m-Xileno	10,994	y = 0,7561x - 7,7873	0,9999
6	Cumeno	12,068	y = 0,7571x - 5,4705	0,9999
7	o-Xileno	12,463	y = 0,7416x - 7,6819	0,9998
8	Estireno	15,173	y = 0,7033x - 7,0938	0,9998

Tabela 3. RSD, MDL e porcentagens de recuperação para benzeno e seus derivados.

Nº.	Nome	% de RSD do TR (n = 8)	% da área de RSD (n = 8)		MDL (µg/L)	% de recuperação média (n = 6) 200 µg/L
			20 µg/L	200 µg/L		
1	Benzeno	0,045	1,77	1,74	0,16	101,7
2	Tolueno	0,034	1,66	1,71	0,14	100,5
3	Etilbenzeno	0,022	1,69	1,62	0,16	99,9
4	p-Xileno	0,030	2,13	1,92	0,16	99,1
5	m-Xileno	0,026	1,82	1,73	0,17	99,7
6	Cumeno	0,025	1,30	1,51	0,16	100,2
7	o-Xileno	0,023	1,80	1,74	0,16	100,7
8	Estireno	0,021	2,32	2,40	0,20	100,3

Equação 1.

$$\% \text{ de recuperação} = \frac{(\text{Concentração de amostra com adição} - \text{Concentração de amostra sem adição})}{\text{Concentração com adição}} \times 100$$

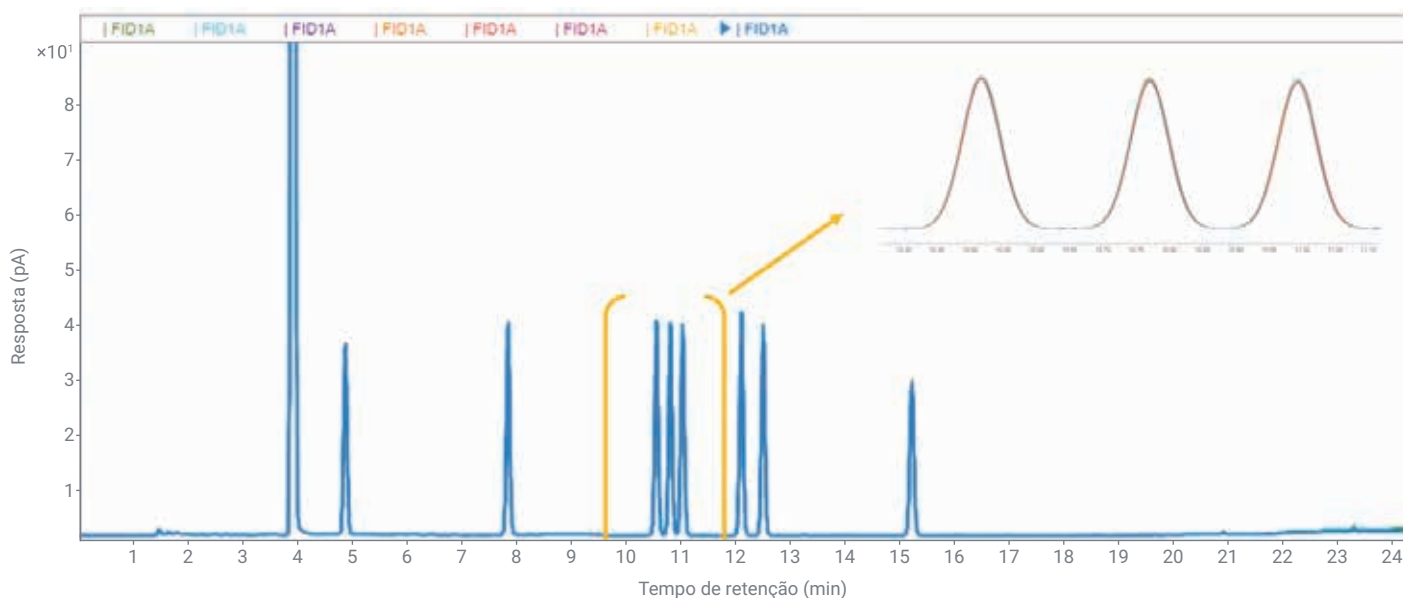


Figura 3. Cromatogramas GC/FID sobrepostos de oito injeções repetidas de 200 µg/L.

Conclusão

Esta nota de aplicação demonstra que o amostrador headspace 8697 configurado com um GC 8890 e um FID pode oferecer uma solução confiável e econômica para a análise de benzeno e seus análogos na água. A trajetória de fluxo inerte do headspace para o detector resulta em um nível de inércia confiável que fornece excelente formato do pico, resolução e ótima repetibilidade.

Referência

1. HJ 1067-2019. Water Quality—Determination of Benzene and its Analogies—Headspace/Gas Chromatography. Estação de Monitoramento Ambiental Nacional da China, Ministério Chinês de Ecologia e Meio Ambiente (data de emissão: 24 dezembro de 2019).

www.agilent.com/chem

DE44231.567986111

Estas informações estão sujeitas a alterações sem aviso prévio.

© Agilent Technologies, Inc. 2021
Impresso nos EUA, 18 de fevereiro de 2021
5994-3074PTBR